



## **Approche expérimentale de l'amorçage de la CSC des aciers inoxydables austénitiques pré-déformés en milieu primaire de REP**

Pauline Huguenin, Emmanuel Herms, François Vaillant, Jérôme Crépin,  
Cecilie Duhamel, Henry Proudhon

### **► To cite this version:**

Pauline Huguenin, Emmanuel Herms, François Vaillant, Jérôme Crépin, Cecilie Duhamel, et al.. Approche expérimentale de l'amorçage de la CSC des aciers inoxydables austénitiques pré-déformés en milieu primaire de REP. Matériaux 2010, Oct 2010, Nantes, France. 11 p. hal-00570529

**HAL Id: hal-00570529**

**<https://hal-mines-paristech.archives-ouvertes.fr/hal-00570529>**

Submitted on 17 Mar 2011

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

## Approche expérimentale de l'amorçage de la CSC des aciers inoxydables austénitiques pré-déformés en milieu primaire de REP

Pauline Huguenin<sup>a,b</sup>, Emmanuel Herms<sup>c</sup>, François Vaillant<sup>a</sup>,  
Jérôme Crépin<sup>b</sup>, Cécilie Duhamel<sup>b</sup>, Henry Proudhon<sup>b</sup>,

<sup>a</sup> EDF R&D Les Renardières, Avenue des Renardières, 77818 Moret sur Loing Cedex,  
pauline.huguenin@edf.fr, francois.vaillant@edf.fr

<sup>b</sup> Mines ParisTech, Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91 003 Evry Cedex,  
jerome.crepin@mines-paristech.fr, cecilie.duhamel@mines-paristech.fr, pauline.huguenin@mines-  
paristech.fr, henry.proudhon@mines-paristech.fr,

<sup>c</sup> CEA, Centre de Saclay, DEN/DANS/DPC/SCCME/LECA, 91191 Gif sur Yvette Cedex,  
emmanuel.herms@cea.fr

---

### RESUME:

Les aciers inoxydables de type 304L et 316L sont très employés dans le circuit primaire des centrales nucléaires REP du fait de leur bonne résistance à la corrosion généralisée à haute température. Quelques cas de corrosion sous contrainte (CSC) de type intergranulaire ont toutefois été rapportés en milieu primaire nominal. La présente étude vise à développer un modèle semi-empirique de l'amorçage de la CSC intergranulaire des aciers inoxydables 304L et 316L pré-déformés par traction et à améliorer la compréhension du rôle de la pré-déformation sur les mécanismes de la CSC. Des résultats obtenus en parallèle par le CEA sur un autre acier 316L, de composition chimique différente, et pour une autre voie de pré-déformation (laminage) seront également discutés.

**MOTS-CLES :** Corrosion sous Contrainte, REP, Milieu primaire, aciers inoxydables, amorçage

---

### Introduction

Les aciers inoxydables de type 304L et 316L sont employés dans le circuit primaire des centrales nucléaires REP du fait de leur bonne résistance à la corrosion généralisée à haute température et de leur faible sensibilité à la Corrosion sous Contrainte en milieu réducteur ou en l'absence de polluants tels que les chlorures et les sulfates. Cependant quelques cas de corrosion sous contrainte (CSC) de type intergranulaire ont été rapportés dans ce milieu. L'écrouissage a été identifié comme un facteur accroissant la sensibilité des aciers inoxydables à la CSC en milieu primaire nominal. Un taux d'écrouissage minimal doit donc être atteint pour amorcer une fissure de CSC [1, 2]. De la même façon, un seuil d'écrouissage est requis pour la propagation des fissures de CSC. Ces seuils correspondent à 240 HV<sub>0.1</sub> pour l'amorçage, soit un seuil de pré-déformation de 11% et à 310 HV<sub>0.1</sub> soit une pré-déformation de 26% pour la propagation. Par ailleurs un chargement cyclique en force de type trapézoïdal en fonction du temps permet d'observer des fissures de CSC pour des temps d'exposition relativement courts au milieu primaire nominal à 360°C. Le trajet de déformation joue donc un rôle primordial sur la sensibilité des aciers inoxydables à la CSC ainsi que sur la morphologie des fissures de CSC. Ainsi, un trajet de déformation complexe est plus sévère et favorise la propagation intergranulaire des fissures de CSC (IGSCC) [3] alors qu'un trajet de déformation monotone conduit principalement à des fissures de CSC transgranulaires (TGSCC). L'écrouissage apparaît comme un facteur clef à étudier pour décrire la CSC des aciers inoxydables. Il fait l'objet d'un programme EDF réalisé pour partie au centre des Renardières et pour l'autre partie au CEA (Saclay). Dans le cadre de ce programme sont étudiés des aciers AISI pré-déformés par laminage ou par traction de type 304L et 316L afin de fournir une base de données pour une modèle semi-empirique prenant en compte les effets mécaniques et matériaux sur le temps d'amorçage.

## Objectifs

Les objectifs de cette étude visent à mieux comprendre le rôle de la pré-déformation sur l'amorçage des fissures de CSC des aciers inoxydables en milieu primaire nominal afin d'intégrer à un modèle semi-empirique, type modèle des indices [4], un terme qui décrit l'écrouissage du matériau, c'est à dire qui intègre à la fois un niveau de pré-déformation, un procédé de pré-déformation et un trajet de déformation choisi complexe pour favoriser l'IGSCC. Deux procédés de pré-déformation sont étudiés : la pré-déformation par traction et la pré-déformation par laminage sur trois matériaux, un 304L et deux 316L de compositions chimiques différentes. On cherche à évaluer et quantifier les effets des paramètres  $\sigma_{\max}$  (la contrainte maximale atteinte en fond d'entaille),  $\theta$  (la température) et  $\beta$  (le paramètre lié au chemin de déformation suivi) sur le temps d'amorçage, la densité de fissures, ... afin de fournir les paramètres pertinents d'un modèle semi-empirique de l'amorçage de la CSC en milieu primaire. Le critère d'amorçage macroscopique retenu est défini comme l'obtention d'une fissure dont la taille est comprise entre 20 et 50  $\mu\text{m}$ , dimension au-delà de laquelle la fissure passe dans la phase de propagation rapide (Figure 1).

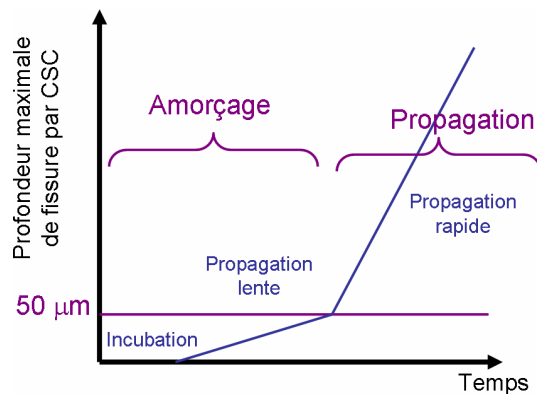


Figure 1 : Définition du critère d'amorçage des fissures

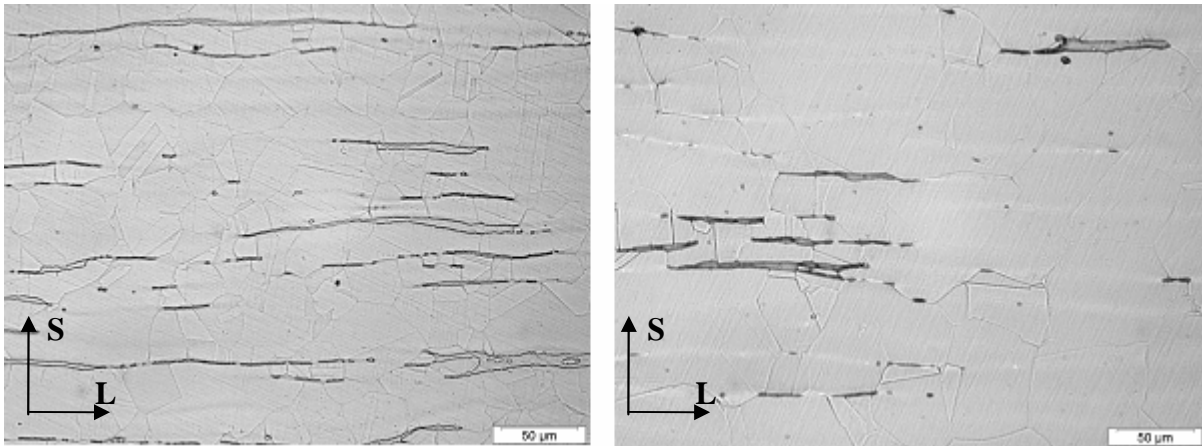
## Matériaux et états de pré-déformation.

### Matériaux

Trois tôles de 30 mm d'épaisseur d'aciers inoxydables austénitiques de type 304L et 316L ont été approvisionnées : une nuance de 304L et deux nuances de 316L : A et B. Les tôles de 304L et de 316L A sont utilisées pour l'étude de la pré-déformation par traction. La tôle de 316L B est utilisée pour étudier la pré-déformation par laminage. Les compositions chimiques sont données au tableau 1. Les tôles de 304L et de 316L A ont été revenues à 1050°C puis trempées à l'eau. La tôle de 316L B a été revenue à 1150°C pendant 30 minutes puis trempée dans un jet d'argon. Ces opérations de revenu et de trempé sont réalisées pour homogénéiser la phase austénitique. La microstructure résultante est caractérisée par une taille de grain de 60  $\mu\text{m}$  pour le 304L, 90  $\mu\text{m}$  pour le 316L A et 50  $\mu\text{m}$  pour le 316L B. D'après les mesures ferromagnétiques réalisées, la teneur en ferrite résiduelle est inférieure à 5% pour le 304L et inférieure à 1% pour le 316L A et pour le 316L B. Les observations de la microstructure en microscopie optique confirment la présence de bandes de ferrite  $\delta$  parallèles au plan de laminage (figure 2). L'énergie de défaut d'empilement (EDE) de l'austénite est d'environ 25  $\text{mJ.m}^{-2}$  pour le 304L, 32  $\text{mJ.m}^{-2}$  pour le 316L A, et de 26  $\text{mJ.m}^{-2}$  pour le 316L B.

Tableau 1 : Composition chimique (% massique) des matériaux 304L et 316L de notre étude. Comparaison aux spécifications du RCCM

|                          | C     | S      | P      | Si    | Mn    | Ni      | Cr      | Mo          | N      | Co   | Cu   | Ti     | Al    |
|--------------------------|-------|--------|--------|-------|-------|---------|---------|-------------|--------|------|------|--------|-------|
| Spécifications RCCM 304L | <0.03 | <0.03  | <0.045 | <1    | <2    | 8<->12  | 17<->20 |             |        |      | <1.0 |        |       |
| 304L                     | 0.026 | 0.002  | 0.027  | 0.52  | 1.49  | 9.45    | 19.23   | 0.24        | 0.064  | 0.07 | 0.17 | <0.005 | 0.033 |
| Spécifications RCCM 316L | <0.03 | <0.03  | <0.040 | <1    | <2    | 10<->14 | 16<->19 | 2.25<->2.75 | <0.06  |      | <1.0 |        |       |
| 316L A                   | 0.026 | 0.004  | 0.033  | 0.42  | 1.81  | 12.00   | 17.34   | 2.57        | 0.05   |      | 0.03 |        |       |
| 316L B                   | 0,016 | 0,0009 | 0,026  | 0,619 | 1,855 | 10      | 16,54   | 2,027       | 0,0222 |      |      |        |       |



304L

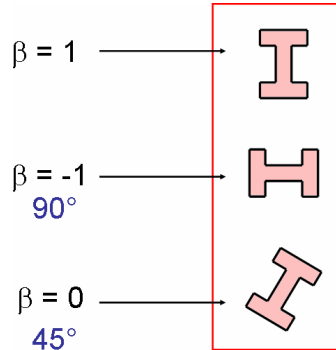
316L A

**Figure 2 : Microstructure du 304L et du 316L A**

Pré-déformation par traction à froid pour le 304L et le 316L A

Des barreaux sont pré-déformés par traction à froid jusqu'à atteindre des déformations de 11%, 26% et 36%. Selon la formule de Pickering [5], seul l'acier inoxydable austénitique 304L peut être sujet à une transformation martensitique induite par la déformation. Toutefois ni les mesures ferromagnétiques ni celles réalisées par diffraction des rayons X n'ont montré la présence significative de phase martensitique  $\alpha'$ .

Deux directions de prélèvement des éprouvettes sont testées : perpendiculairement à l'axe du barreau ou à 45° (Figure 3).



**Figure 3 : Chemins de déformation**

Les propriétés mécaniques obtenues par la combinaison du niveau de pré-déformation à froid et du changement de direction de chargement sont données à 360°C dans le tableau 2.

**Tableau 2 : Propriétés mécaniques à l'état tractionné à 360°C**

| Matériau | % pré-déformation | Chemin de déformation | R <sub>p0,2</sub> (MPa) | R <sub>m</sub> (MPa) |
|----------|-------------------|-----------------------|-------------------------|----------------------|
| 304L     | 11%               | 90°                   | 391                     | 515                  |
|          | 26%               | 90°                   | 459                     | 602                  |
|          | 36%               | 45°                   | 611                     | 677                  |
|          |                   | 90°                   | 596                     | 617                  |
| 316L     | 11%               | 90°                   | 368                     | 504                  |
|          | 26%               | 90°                   | 447                     | 564                  |
|          | 36%               | 45°                   | 561                     | 623                  |
|          |                   | 90°                   | 598                     | 635                  |

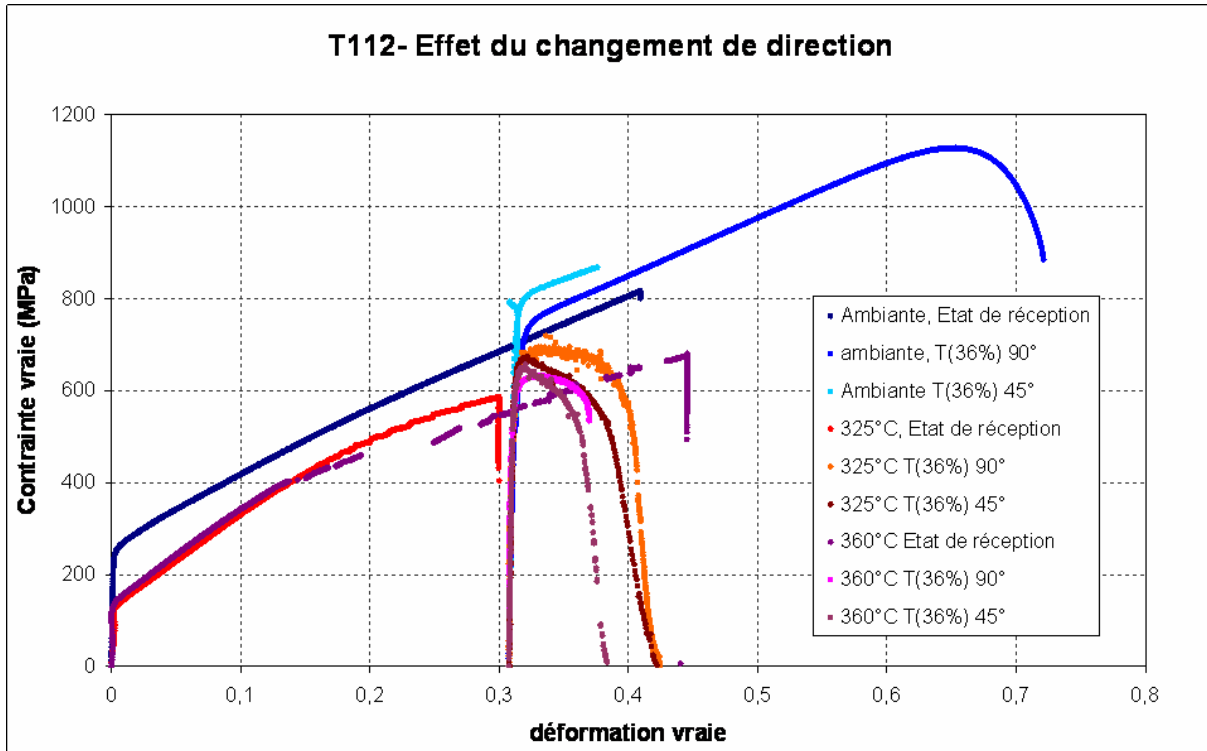


Figure 4: Effet du changement de direction pour le 304L (tôle T112),  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

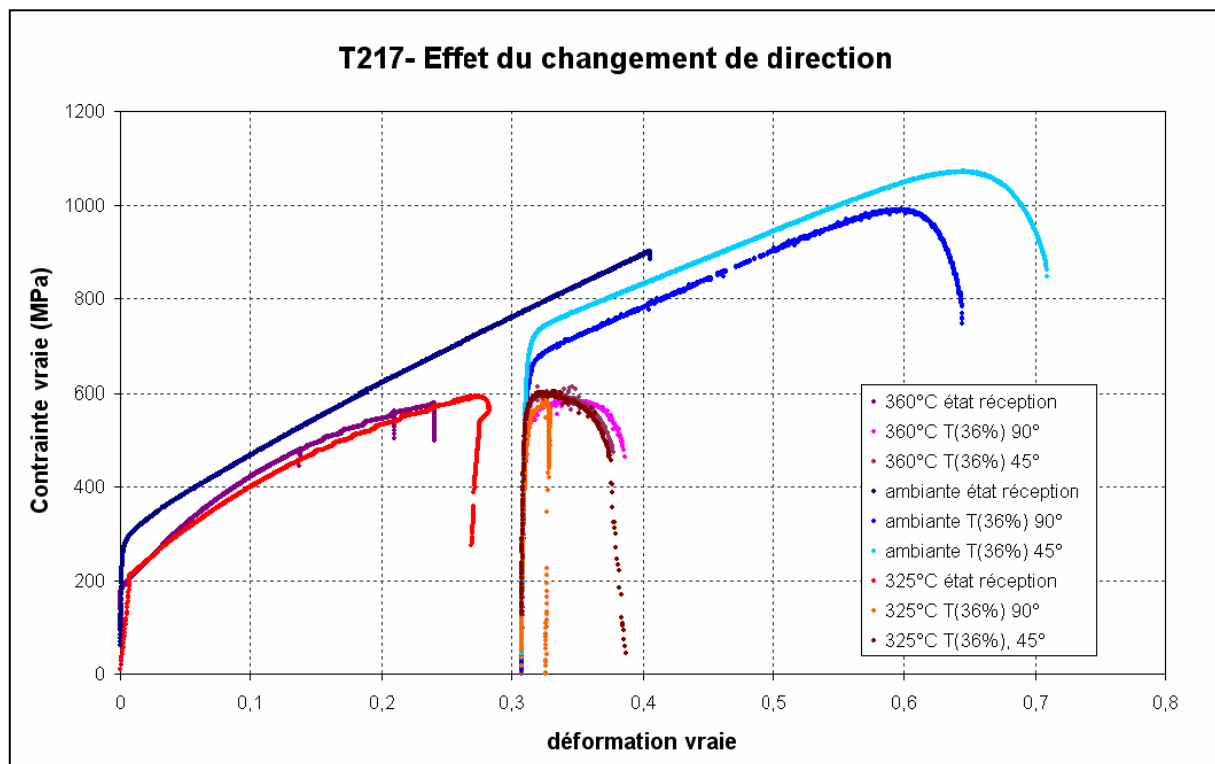


Figure 5 : Effet du changement de direction pour le 316L A (tôle T217),  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Les figures 4 et 5 présentent l'effet du changement de direction de chargement pour une vitesse d'essais de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Afin de rendre compte de l'histoire de chargement, les réponses des matériaux pré-

écrouis seront décalées le long de l'axe des déformations de la quantité de déformation correspondant au pré-écrouissage dans le cadre d'un écrouissage considéré comme étant isotrope.

On constate un effet net de la température sur le comportement des matériaux avec une diminution de la contrainte d'écoulement avec l'augmentation de la température entre l'ambiante et 325 °C puis une stagnation entre 325°C et 360°C. A la température ambiante, la pré-déformation augmente le seuil de plasticité (surface de charge) avec un « potentiel d'écrouissage linéaire » important alors qu'en température l'effet de la pré-déformation semble moins accentué voire inexistant pour le 316L (même seuil de plasticité) avec un fort effet adoucissant conduisant à la ruine précoce des éprouvettes.

En outre, le 304L et le 316L A pré-déformés par traction à 36% présentent une faible sensibilité au fluage à 360°C pour des niveaux de contrainte proches du  $R_m$  [6-8] avec des vitesses de fluage de l'ordre  $10^{-11} \text{ s}^{-1}$ . Certains modèles basés sur la vitesse de déformation en pointe de fissure [9-10] qui pourraient être pertinents pour la description de la CSC des alliages austénitiques, pourraient expliquer la faible sensibilité à la CSC du 304L et du 316L à 360°C sous un chargement statique. On se rappellera que l'écrouissage augmenterait la vitesse de fluage selon [11].

#### Pré-déformation par laminage pour le 316L A

Un laminage unidirectionnel est réalisé à froid en deux passes jusqu'à une réduction d'épaisseur de 40% soit une déformation généralisée (DG) de 60% selon la formule (1) [12].

$$DG = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \frac{h_0}{h_1} \quad (1)$$

avec  $h_0$  = épaisseur initiale

$h_1$  = épaisseur finale

Les propriétés mécaniques du 316L B laminé à 40% sont données au tableau 3 à 340°C.

**Tableau 3 : Propriétés mécaniques à l'état laminé à 340°C**

| Matériau | % pré-déformation | Chemin de déformation | $R_{p0,2}$ (MPa) | $R_m$ (MPa) |
|----------|-------------------|-----------------------|------------------|-------------|
| 316L B   | laminé 40%        | 90°                   | 709              | 819         |

L'ensemble de ces données, complétées par [13] permettront l'identification des lois de comportements, nécessaires pour la simulation des réponses mécaniques soumis aux trajets de chargement imposés lors des essais de CSC réalisés en autoclave.

#### **Méthodes expérimentales : Essais de corrosion sous contrainte.**

##### Autoclaves

Les essais de CSC sont réalisés sur des bâtis de fluages modifiés, pour effectuer des déchargements partiels. Le chargement cyclique est appliqué via une charge morte et les chargements et déchargements partiels sont réalisés en remplissant et vidant un bac d'eau. Pour les essais sur le 304L et le 316L A, quatre éprouvettes sont montées sur une même ligne d'amarrage, pour le 316L B, une seule éprouvette est montée par ligne. L'isolation électrique est assurée par des coquilles en Zircaloy oxydé.

##### Eprouvettes

Les éprouvettes axisymétriques utilisées sont entaillées afin d'atteindre des niveaux de contrainte en fond d'entailles très élevés durant les essais d'amorçage de la CSC. Cela permet de diminuer la durée des essais d'amorçage.

- Eprouvettes pré-déformées par traction 304L et le 316L A

Les éprouvettes utilisées sont axisymétriques (diamètre 4 mm) et entaillées pour atteindre des niveaux de concentration de contraintes en fond d'entailles élevés afin de diminuer la durée des essais d'amorçage.

Trois entailles en U ont été usinées par électro-érosion sur le fût de l'éprouvette avec un espacement Pour améliorer l'état de surface consécutif à l'électro-érosion, un fil diamanté est passé en fond d'entaille.

- Eprouvettes pré-déformées par laminage 316L B

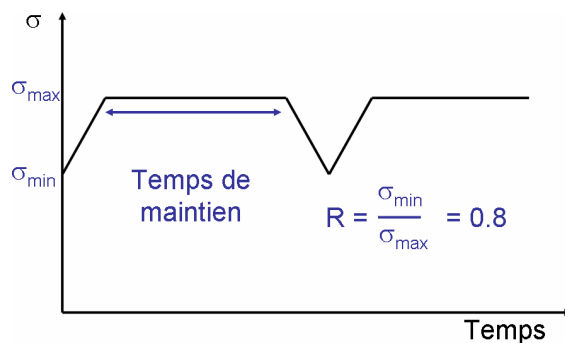
Il s'agit d'éprouvettes axisymétriques de diamètre 4 mm prélevées de façon à ce que l'axe de l'éprouvette soit perpendiculaire à la direction de laminage suivie lors de deux passes successives afin d'intégrer le maximum d'incompatibilité de déformation.. Ces fortes incompatibilités augmentant la sensibilité à la CSC en milieu primaire, les éprouvettes testées portent une entaille périphérique en forme de V. Le coefficient de triaxialité des contraintes induit par l'entaille est estimé à 1,55 en utilisant la formule de Bridgman.

### Milieu

Les essais sont réalisés en milieu primaire nominal soit 1000 ppm B présent sous forme d'acide borique, 2 ppm Li présent sous forme d'hydroxyde de lithium. A la fin de chaque essai, des analyses par chromatographies ioniques permettent de vérifier que les spécifications sont respectées. La gamme de température testée varie entre 290°C et 340°C pour l'état laminé et les essais sur l'état tracti onné sont réalisés à 360°C. La teneur en hydrogène visée est de 30 cc/kg H<sub>2</sub>O contrôlée par une sonde Ag/Pd. Les durées d'essais visées sont de 2000h pour l'état laminé et de 3000h pour l'état tractionné.

### Mode de Chargement

Un chargement trapézoïdal est appliqué au cours du temps. Il s'agit de sollicitations cycliques (période du cycle 1 heure se décomposant en un temps de maintien d'un peu moins d'une heure au niveau de contrainte maximale ( $\sigma_{\max}$ ) suivi d'une brève décharge au niveau de chargement  $\sigma_{\min} = R \cdot \sigma_{\max}$  (avec  $R = 0,8$  ou  $R = 0.85$ ) puis rechargement à  $\sigma_{\max}$  comme présenté sur la figure 6. La fréquence de déchargement-chargement est faible, ce qui permet de se rapprocher d'un chargement statique avec un temps de maintien d'une heure environ. L'effet de la valeur de R a été précédemment étudié [6]. L'IGSCC est principalement observée pour une valeur de R égale à 0.8 tandis que la fissuration transgranulaire est observée pour  $R = 0.7$ . De plus L. Buisse [7] a montré que sous un chargement trapèze cyclique avec maintien de type fluage sous 550 MPa appliqué à une éprouvette de 304L pré-déformée par traction à 36%, la déformation augmentait de  $5 \cdot 10^{-6}$  durant le temps de maintien, ce qui représente une vitesse de fluage de  $2 \cdot 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ , soit plus de 100 fois la vitesse de fluage mesurée sous chargement statique conventionnel. Ce résultat explique que la sensibilité à la CSC des aciers inoxydables soit plus importante sous chargement cyclique que sous chargement statique [7-8].



**Figure 6 : chargement trapézoïdal cyclique**

Les valeurs maximales de contrainte en fond d'entailles sont estimées comprises entre 1100 et 1700 MPa selon les essais. Un critère de comparaison a été proposé par le CEA [14] pour prendre en compte les effets du matériau et du chargement :  $\sigma_{\text{net}}/R\mathbf{p}_{0.2}$  à l'ambiante. La contrainte nette est calculée en utilisant la section du fût de l'éprouvette à l'aplomb du fond d'entaille. Pour la suite de ce travail, ce critère sera légèrement modifié. On utilisera la valeur du seuil d'écoulement plastique du matériau à la température de l'essai.

## Résultats

### Essais sur l'état pré-déformé par laminage

Les principales caractéristiques des essais d'amorçage de la CSC sont décrites au tableau 4 [14-16].

**Tableau 4: Essais du CEA réalisés sur le 316L B laminé à 40% [11]**

| Essai | Caractéristiques   | $T(^{\circ}\text{C})$ | $\sigma_{max}$<br>(MPa) | durée (h)                             | $a(\mu\text{m})$                                 |
|-------|--|-----------------------|-------------------------|---------------------------------------|--|
| A1    | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 340                   | 1700                    | 250                                   | TGSCC & IGSCC<br>820                             |
| A2    | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 340                   | 1460                    | interrompu<br>1780h                   | amorçage<br><5                                   |
| A3    | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 340                   | 1460                    | 2310                                  | TGSCC & IGSCC<br>360                             |
| A4    | $R = 0.85$ et $2.10^{-4}$ Hz                                     | 340                   | 1460                    | 2450                                  | TGSCC<br>25-30                                   |
| A5    | Essai de charge constante ( $\Phi_{int}$ 2,5mm au lieu de 2,8mm) | 340                   | 1460                    | interrompu<br>6695h                   | amorçage<br>5 à 10                               |
| A6    | Essai de charge constante ( $\Phi_{int}$ 2,5mm au lieu de 2,8mm) | 340                   | 1460                    | 9840h<br>(poursuite de<br>l'essai A5) | TGSCC & IGSCC<br>1100                            |
| A7    | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 340                   | 1227                    | interrompu<br>6550h                   | amorçage TG<br><10                               |
| A8    | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 310                   | 1460                    | 1530                                  | amorçage<br>5                                    |
| A9    | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 310                   | 1460                    | 3150                                  | TGSCC & IGSCC<br>1200                            |
| A10   | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 290                   | 1460                    | 2350                                  | TGSCC & IGSCC<br>220                             |
| A11   | $R = 0.85$ et $3.10^{-4}$ Hz                                     | 290                   | 1700                    | <1                                    | fissuré à la mise en<br>charge<br>TGSCC<br>10-20 |

Les essais A1 à A7 ont été réalisés à 340°C. La fissuration à rupture est rapidement obtenue sous un chargement cyclique atteignant 1700MPa en fond d'entaille (essai A1). Lorsque la contrainte maximale est diminuée de 1700 à 1460 MPa (A2 et A3), le temps d'amorçage est multiplié par un facteur 10. Si le niveau de chargement est abaissé de 1460 MPa à 1227 MPa (essai A7), le temps d'amorçage est multiplié par un facteur 3. L'essai A4 est à comparer avec l'essai A3, il en diffère par une fréquence de chargement/déchargement plus faible soit un temps de maintien plus long. Des amorces de fissures de CSC sont obtenues en un temps raisonnable (2450h). Des amorces étant relativement facilement obtenues sous chargement cyclique, les essais A5 et A6 sous charge constante ont été réalisés sous 1460 MPa soit la valeur médiane des niveaux de contrainte testés. Un chargement statique permet d'amorcer des fissures de CSC mais en un temps trois fois plus long. Ces essais confirment qu'un chargement cyclique augmente la sensibilité à la CSC et diminue le temps d'amorçage. Les essais A8 à A11 ont été réalisés à 310°C et 290°C. Les données présentées mettent en évidence le faible effet de la température sur la sensibilité à l'amorçage, du moins dans la gamme considérée.



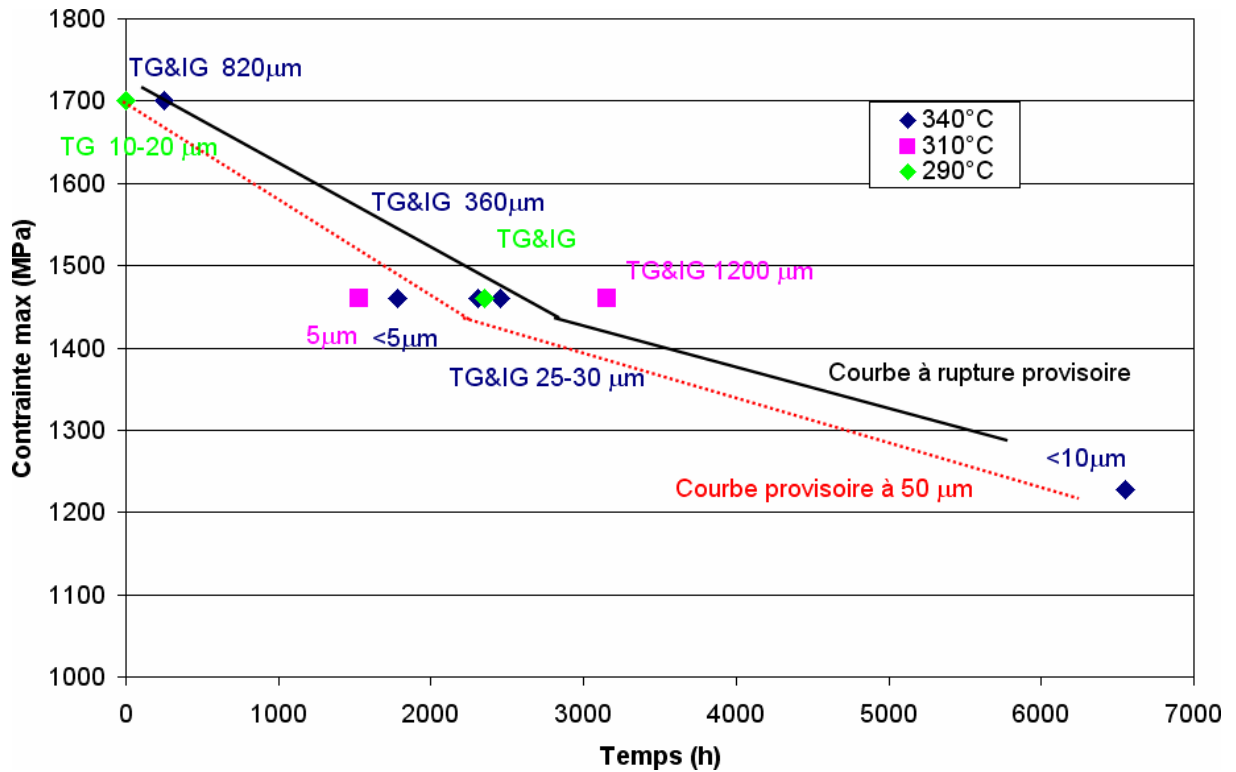


Figure 7 : Courbe contrainte en fonction du temps pour un critère d'amorçage fixé à 50 μm

Sur la Figure 7, a été reportée pour le cas où le critère d'amorçage a été atteint, la contrainte maximale appliquée en fond d'entaille et la durée à rupture ou d'arrêt de l'essai. La tendance de la courbe seuil des 50 μm se dessine. Des données complémentaires devront toutefois être produites afin d'affiner cette courbe mais on peut d'ores et déjà noter la diminution de la sensibilité à l'amorçage avec la diminution de la valeur de la contrainte appliquée. Enfin, notons que les fissures s'amorcent transgranulairement et se propagent avec une morphologie mixte très majoritairement intergranulaire, les zones transgranulaires sur la propagation n'étant constitués que par des îlots dispersés. L'étape d'amorçage proprement dite (apparition d'un défaut) peut être très rapide sous contraintes élevées comme en témoigne l'essai A1. Le stade de propagation des fissures courtes (correspondant à la dimension d'un grain, soit environ 50 μm) est l'étape qui semble la plus affectée par la diminution des contraintes appliquées. Il semblerait que ce soit l'étape la plus longue du processus de corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire de REP. La diminution de la contrainte appliquée ainsi que le passage de sollicitations cycliques à statiques semblent augmenter la durée de la période de propagation lente en mode transgranulaire des fissures de faibles profondeur (<50 μm).

#### Essais sur l'état pré-déformé par traction

Des essais d'amorçage de la CSC du 304L et du 316L A pré-déformés par traction à 36% en milieu primaire à 360°C ont été réalisés [8] pour des contraintes maximales en fond d'entaille de 1300 et 1700 MPa. En dépit des niveaux de contrainte très élevés, la CSC est difficile à observer, et seules des fissures transgranulaires de longueur inférieure à 5 μm ont été observées. Par ailleurs, un programme commun EPRI/EDF [13, 17] a montré que l'amorçage intergranulaire peut être significatif lorsque le trajet de déformation est complexe, en particulier si le second chargement est faible à modérer. En se basant sur ces derniers résultats, une valeur relativement faible du critère de chargement  $\sigma_{net}/R_{p0.2}$  (1.05) a été choisie, cette valeur se situant dans le bas de la gamme de chargement testée pour le 316L B laminé à 40%. Les essais décrits au tableau 5 ont été réalisés par le centre EDF des Renardières.

Tableau 5 : Essais réalisés sur le 304L et le 316L A pré-déformés par traction

| éprouvettes | nuance | direction | %  | prof<br>entailles<br>(mm) | diam de fut<br>(mm) | $\sigma_{\text{net}}$ imposée<br>(MPa) | durée<br>essai       |  |  |  |  |
|-------------|--------|-----------|----|---------------------------|---------------------|--|----------------------|--|--|--|--|
| 1510TE2     | 304L   | 90°       | 36 | 0,5                       | 4                   | 622                                    | 2300h                |  |  |  |  |
| 1510TT1     | 316L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510TT2     | 316L   |           |    | 0                         | 3,05                |  |                      |  |  |  |  |
| 1617T36E1   | 304L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510T0T1    | 316L   | 45°       | 36 | 0,5                       | 5                   | 617                                    | 2950h                |  |  |  |  |
| 1510T0E1    | 304L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510T0E2    | 304L   |           |    | 0                         | 4                   |  |                      |  |  |  |  |
| 1617T36T1   | 316L   | 90°       |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510TE6     | 304L   | 90°       | 26 | 0,5                       | 4                   | 481                                    | 3075h                |  |  |  |  |
| 1510TE26    | 304L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510TT6     | 316L   |           | 21 |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510TT29    | 316L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510TT18    | 316L   | 90°       | 11 | 0,5                       | 4                   | 400                                    | 3000h<br>(prévision) |  |  |  |  |
| 1510TT19    | 316L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510TE18    | 304L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |
| 1510TE19    | 304L   |           |    |                           |                     |  |                      |  |  |  |  |

La méthode utilisée pour la recherche des amorce de fissures consiste, après essai de CSC, à découper le fût de l'éprouvette en 6 à 8 secteurs. Les secteurs sont ensuite enrobés, polis jusqu'à 1  $\mu\text{m}$ , et observés en microscopie optique. Les premiers dépouillements par coupe puis observations microscopiques sur les éprouvettes pré-déformées par traction à 36% présentent de rares amorce de fissures d'une dizaine de microns, comme sur la figure 8. Les conditions d'essais sont donc à la limite de l'amorçage.



Figure 8 : 1510TT2, entaille A, Secteur 218

Pour accéder à la densité de fissure, un examen radiographique par rayonnement synchrotron a été réalisé. Un cylindre de 6 mm de hauteur centré sur l'entaille est découpé par électroérosion. Par polissage de part et d'autre de l'entaille on se ramène à une hauteur d'environ 550  $\mu\text{m}$ . La finition finale est réalisée sur papier 1200. Les radiographies ont été réalisées à l'ESRF par Ludwig Wolfgang sur la ligne ID 19.



**Figure 9 : Image obtenue en radiographie-1510TT1, entaille centrale 316L, 90°, T(36%),  $\beta = -1$**

Les premières observations (figure 9) permettent très clairement d'observer les bandes de ferrites présentes au sein du matériau et de largeur de 1 à 2  $\mu\text{m}$ , ce qui nous permet de valider la résolution spatiale du capteur choisi. Toute fissure présentant une dimension supérieure ou égale à la résolution pourra donc être observée. Sur l'ensemble des observations nous n'avons pas distingué de présence de fissure excepté sur le cliché de la figure 13 où apparaît un contraste pouvant éventuellement laisser penser à la présence d'une fissure. Cette analyse doit donc être approfondie par une nouvelle série d'images mais aussi par une coupe perpendiculaire ultérieure avec une caractérisation classique de la zone de coupe.

## **Discussion**

Les premiers résultats issus des essais de corrosion, tels que dépouillés par radiographie sous rayonnement synchrotron et des examens micrographiques, montrent qu'une pré-déformation par traction est peu sévère, par opposition avec un laminage à froid. L'effort expérimental à venir portera sur la quantification de l'impact du type de pré-déformation sur l'amorçage de la CSC avec la réalisation à venir d'un essai comparatif sur 316L A pré-déformé par laminage à 40% et B pré-déformé par traction à 36%. Cet essai permettra en outre de comparer les effets de la géométrie de l'entaille en U ou en V.

## Conclusion

Cette étude vise à développer une approche de modélisation de l'amorçage de la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables écrouis en milieu primaire nominal en intégrant le trajet de déformation (pré-déformation + sollicitation). A cette fin, les lois de comportement mécanique sont en cours de détermination pour une meilleure compréhension des conditions de chargement en autoclave par une meilleure maîtrise de l'effet de l'écrouissage cinématique (modification du trajet de chargement, effet de la géométrie de l'entaille, etc.). La mise en place d'un dépouillement original, basé sur l'observation tomographique des fonds d'entaille, complémentaire de la démarche classique basée sur l'analyse de coupes permettra d'atteindre des critères quantitatifs concernant la caractérisation du réseau de fissures obtenu par CSC.

## Références:

1. T. Couvant, L. Legras, F. Vaillant, J.M. Boursier, and Y. Rouillon "Effect of strain hardening on stress corrosion cracking of AISI 304L stainless steel in PWR primary environment at 360°C", 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems Snowbird (UT) (2005) pp.1069-1081
2. T. Couvant, L. Legras, C. Pokor, F. Vaillant, Y. Brechet, J.M. Boursier, P. Moulart, "Investigations on the mechanisms of PWSCC of strain hardened austenitic stainless steels", 13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, Whistler (Canada) (2007)
3. T. Couvant, F. Vaillant, J.M. Boursier, D. Delafosse, "Effect of the strain path on the stress corrosion cracking of AISI 304L stainless steel in PWR primary environment at 360°C", Eurocorr 2004, Nice (2004)
4. F. Vaillant, F. Carrette, R. Cottis, F. Leonard, "Development of a predictive model for SCC initiation of alloy 600 in primary water", SCC initiation Workshop, Beaune, (2008)
5. F.B. Pickering, "Physical metallurgical development of stainless steels", Proceeding of the conference stainless steels, (1984).
6. L. Tribouilloy, F. Vaillant, L. Legras, T. Couvant, J.M. Boursier, Y. Rouillon, "SCC of cold-worked stainless steels in PWR environment", 13<sup>th</sup> Env Degradation Conf, Whistler, (Canada) (2007)
7. F. Vaillant, T. Couvant, L. Tribouilloy-Buissé, "Stress corrosion cracking propagation of cold-worked austenitic stainless steels in PWR environment", 14th Int Symp on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems Water Reactors, Virginia Beach (VA) (2009)
8. P. Huguenin, F. Vaillant, T. Couvant, L. Buisse, "EDF program on SCC initiation of cold-worked stainless steels in primary water", Eurocorr 2009, Nice (2009)
9. T. Shoji, G. Li, J. Kwon, S. Matsushima, Z. Lu, "Quantification of yield strength effects on IGSCC in austenitic stainless steels in high temperature water", 11th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, Stevenson (WA) (2003)
10. Y.C. Gao, and K.C. Hwang, "Elastic-plastic fields in steady crack growth in a strain hardening material", 5th International Conference on Fracture (ICF5), Cannes (France) (1982)
11. S. Usami and T. Mori, "Creep deformation of austenitic stainless steels at medium and low temperatures", in Cryogenics 40 (2000)
12. C. Dalmayrac, J.-P. Massoud, P. Miguët, "Contributions à l'étude métallurgique de l'effet de l'écrouissage sur les aciers inoxydables austénitiques en relation avec leur tenue à la CSC", Rapport EDF, (1999).
13. T. Couvant, F. Vaillant, T. Ghys, "Interaction between strain localization and EAC in austenitic alloys in PWR environments- second interim progress report. ", 2009, Rapport EDF HT-29-2008-00945-EN
14. E. Herms, L. Sejourne, "Amorçage de la corrosion sous contraintes des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire REP- avancement annuel 2008", (2008)
15. E. Herms, O. Raquet, L. Sejourne, F. Vaillant, "SCC of cold worked stainless steels exposed to primary water conditions : susceptibility to initiation", Eurocorr 2009, Nice (France) (2009)
16. E. Herms, L. Sejourne, "Amorçage de la corrosion sous contraintes des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire REP-Synthèse des résultats obtenus sur l'acier 316L écroui par laminage" (2009)
17. T. Couvant, L. Legras, A. Herbelin, A. Musienko, G. Ilievbare, D. Delafosse, G. Cailletaud, J. Hickling, "Development of understanding of the interaction between localized deformation and SCC of austenitic stainless steels exposed to primary PWR environment", 14th Int Symp on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors, Virginia Beach (VA) (2009)